

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2003 年 2 月 20 日 (20.02.2003)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 03/014421 A1

(51) 国際特許分類: C25C 1/08

(21) 国際出願番号: PCT/JP01/09237

(22) 国際出願日: 2001 年 10 月 22 日 (22.10.2001)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2001-233036 2001 年 8 月 1 日 (01.08.2001) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社  
日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS COMPANY,  
LIMITED) [JP/JP]; 〒105-8407 東京都港区虎ノ門二丁  
目10番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 新藤裕一朗

(SHINDO, Yuichiro) [JP/JP]. 竹本幸一 (TAKEMOTO,  
Kouichi) [JP/JP]; 〒319-1535 茨城県北茨城市華川町白  
場187番地4 株式会社 日鉱マテリアルズ磯原工場内  
Ibaraki (JP).

(74) 代理人: 小越 勇 (OGOSHI, Isamu); 〒105-0002 東京  
都港区愛宕一丁目二番二号 虎ノ門9森ビル3階 小越  
国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.

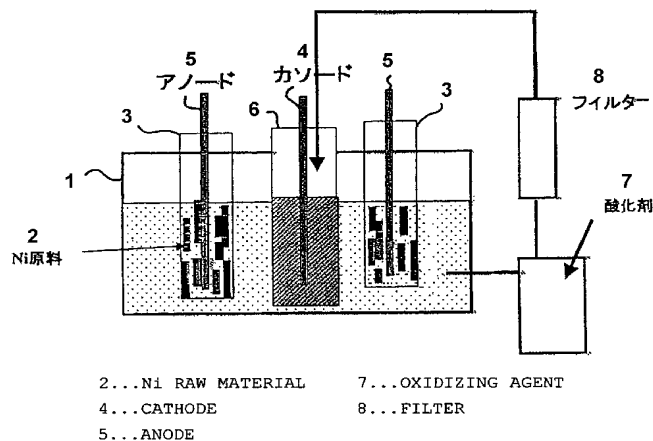
(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE,  
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING HIGH PURITY NICKEL, HIGH PURITY NICKEL, SPUTTERING TARGET COM-  
PRISING THE HIGH PURITY NICKEL, AND THIN FILM FORMED BY USING SAID SPATTERING TARGET

(54) 発明の名称: 高純度ニッケルの製造方法、高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるスパッタリングターゲッ  
ト及び該スパッタリングターゲットにより形成した薄膜



(57) Abstract: A method for preparing a high purity nickel through an electrolysis using a nickel-containing solution as an elec-  
trolyte, characterized in that an anolyte is adjusted to have a pH of 2 to 5 and impurities contained in the anolyte such as iron, cobalt  
and copper are removed by one of or any combination of the methods wherein an oxidizing agent is added and said impurities are  
removed as hydroxides, wherein said impurities are removed by pre-electrolysis, and wherein a nickel foil is placed

[続葉有]

WO 03/014421 A1



in the anolyte and said impurities are removed by substitution reactions, and impurities are further removed by the use of a filter, and then electrolysis is carried out using the solution purified as described above as a catholyte. The method allows the preparation of a high purity nickel having a purity of 5 N (99.999 wt%) or more from a nickel raw material containing relatively large amounts of impurities by means of a simple and easy procedure of the purification by an electrolysis using a nickel solution with good efficiency.

(57) 要約:

電解液としてニッケル含有溶液を用いて電解する際に、アノライトを pH 2 ～ 5 に調整し、アノライトに含有されている鉄、コバルト、銅等の不純物を、酸化剤を入れて該不純物を水酸化物として沈殿除去するか、若しくは予備電解により該不純物を除去するか、又は Ni 箔を入れて置換反応により該不純物を除去するかの、いずれか 1 又は 2 以上の方法を組合せることにより不純物を除去した後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液をカソライトとして使用し電解する。不純物が多く含有されるニッケル原料から、ニッケル含有溶液を用いて電解精製する簡便な方法に関し、純度 5 N (99.999 wt%) 以上の高純度ニッケルを効率的に製造する技術を提供する。

## 明 細 書

高純度ニッケルの製造方法、高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなる  
5    るスパッタリングターゲット及び該スパッタリングターゲットにより形成した薄膜

## 技術分野

この発明は、ニッケル含有溶液を用いて電解精製により純度 5 N (9  
10    9 . 9 9 9 w t %) 以上の高純度ニッケルを製造する方法、高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるスパッタリングターゲット及び該スパッタリングターゲットにより形成した薄膜に関する。

## 背景技術

15    一般に、高純度ニッケルは、アルカリ金属、放射性元素、遷移金属元素、ガス成分を極力減少させることが要求されており、V L S I の電極及び配線の形成、あるいは磁性薄膜を形成するための、特にスパッタリングターゲット材として広範囲に使用されている。

Na、K等のアルカリ金属はゲート絶縁膜中を容易に移動し、M O S  
20    ー L S I 界面特性の劣化原因となる。U、Th等の放射性元素は、放出する $\alpha$ 線によって素子のソフトエラーの原因となる。一方、Fe等の遷移金属元素も界面接合部のトラブルの原因となる。

さらに、炭素、酸素などのガス成分も、スパッタリングの際のパーティクル発生原因となるため好ましくない。

25    一般に、5 Nレベルの高純度ニッケルを製造する場合には、イオン交換や溶媒抽出等で溶液を精製し、これをさらに電解採取又は電解精製によって高純度化を行うことが普通であるが、このような溶媒抽出工程をとる方法は工程が複雑であり、また特殊な溶媒を必要とすることから抽

出剤の安全を考慮する必要があるなど、効率的でないという問題があった。

5 5 Nレベルの高純度ニッケルを製造する場合に、ニッケル含有溶液を用いて電解により製造するのが比較的簡単な方法と考えられるが、上記のような溶媒抽出等の工程を経るものは、必ずしも効率的とは言えなかった。

#### 発明の開示

10 本発明は、鉄、炭素、酸素等が多く含有されるニッケル原料から、ニッケル含有溶液を用いて電解する簡便な方法を提供するものであり、同原料から純度 5 N (99.999 wt %) 以上の高純度ニッケルを効率的に製造する技術を提供することを目的としたものである。

15 上記問題点を解決するため、ニッケル含有溶液のアノライトから鉄等の不純物を水酸化物として除去し、除去後の液をカソライトとして使用することにより、能率良く高純度ニッケルを製造できるとの知見を得た。

この知見に基づき、本発明は

1. 電解液としてニッケル含有溶液を用いて電解する際に、アノライトを pH 2～5 に調整し、アノライトに含有されている鉄、コバルト、銅  
20 等の不純物を、酸化剤を入れて該不純物を水酸化物として沈殿除去するか、若しくは予備電解により該不純物を除去するか、又は Ni 箔を入れて置換反応により該不純物を除去するかの、いずれか 1 又は 2 以上の方法を組合せることにより不純物を除去した後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液をカソライトとして使用し電解すること  
25 とを特徴とする高純度ニッケルの製造方法

2. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続的に抜き出し、これに酸化剤を入れて鉄等の不純物を水酸化物として沈殿させた後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液

をカソード側に間歇的又は連続的に入れることを特徴とする上記 1 記載の高純度ニッケルの製造方法

3. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続的に抜き出し、このアノライトを予備電解して鉄、コバルト、銅等の不純物を除去した後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液をカソード側に間歇的又は連続的に入れることを特徴とする上記第 1 記載の高純度ニッケルの製造方法。

4. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続的に抜き出し、このアノライトにニッケル箔を入れて置換反応により、鉄、コバルト、銅等の不純物を除去した後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液をカソード側に間歇的又は連続的に入れることを特徴とする上記 1 記載の高純度ニッケルの製造方法。

5. フィルターとして活性炭を使用することを特徴とする上記 1～4 のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法

6. フィルター通過後の、電解液中の鉄の濃度が  $1 \text{ mg/L}$  以下であることを特徴とする上記 1～5 のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法

7. 電解によって得られた電析ニッケルを電子ビーム溶解等の真空溶解を行うことを特徴とする上記 1～6 のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法

8. ガス成分を除き  $5 \text{ N}$  ( $99.999 \text{ wt}\%$ ) 以上であり、不純物として  $\text{O} : 30 \text{ wt ppm}$  以下、 $\text{C}$ ,  $\text{N}$ ,  $\text{S}$ ,  $\text{P}$ ,  $\text{F}$  がそれぞれ  $10 \text{ wt ppm}$  以下であることを特徴とする高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるターゲット及び同ターゲットを使用してスパッタリングにより形成した薄膜

9. 上記 1～7 により製造したガス成分を除き  $5 \text{ N}$  ( $99.999 \text{ wt}\%$ ) 以上であり、不純物として  $\text{O} : 30 \text{ wt ppm}$  以下、 $\text{C}$ ,  $\text{N}$ ,  $\text{S}$ ,

- P, F がそれぞれ 10 w t p p m 以下であることを特徴とする高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるターゲット及び同ターゲットを使用してスパッタリングにより形成した薄膜
- 5 を提供するものである。

#### 図面の簡単な説明

図 1 は、電解工程の概要を示す図である。

#### 10 発明の実施の形態

図 1 に示す電解槽 1 を用い、4 N レベルの塊状のニッケル原料 2 をアノードバスケット 3 に入れてアノード 5 とし、カソード 4 にニッケル等を使用して電解を行う。ニッケル原料には、主として鉄、炭素、酸素等が多く含有されている。

- 15 電解に際しては、浴温  $10 \sim 70^{\circ} \text{C}$ 、ニッケル濃度  $20 \sim 120 \text{ g/L}$ 、電流密度  $0.1 \sim 10 \text{ A/dm}^2$  で実施する。電流密度  $0.1 \text{ A/dm}^2$  未満では生産性が悪く、また  $10 \text{ A/dm}^2$  を超えるとノジュールが発生してしまい、アノード 5 とカソード 4 が接触するため好ましくない。電流密度は  $0.1 \sim 10 \text{ A/dm}^2$  の範囲とする。
- 20 前記アノード 5 とカソード 4 は隔膜 6 で仕切り、アノライトを間歇的又は連続的に抜き出す。アノライトは  $\text{pH } 2 \sim 5$  に調整されている。カソードボックスは、隔膜を介して外側の液（アノライト）と分離している。抜き出したアノライトに酸化剤 7 を入れて鉄、コバルト、銅等の不純物を水酸化物として沈殿させる。すなわち、2 価の鉄が酸化剤 7 によ
- 25 り 3 価となり  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  として沈殿する。酸化剤 7 としては過酸化水素、硝酸等が使用できる。

また、抜き出したアノライトを予備電解槽に入れ、電解により鉄、コバルト、銅等の不純物を除去することができる。

さらにまた、抜き出したアノライトを置換槽に入れ、ニッケル箔を使用して電解液中の鉄、コバルト、銅等の不純物との置換を行いこれらの不純物を除去することができる。

- 5 図 1 は、酸化剤を入れる工程を示しているが、この工程 7 を予備電解又は置換方法の置き換えることにより、容易に除去できる。

上記の酸化剤、予備電解又は置換方法のそれぞれを組合せて該不純物を除去することもできる。

- 10 この沈殿物等の不純物を、フィルター 8 を使用して除去する。フィルターには、活性炭を使用するのが良い。活性炭のフィルター 8 は前記沈殿した酸化物等の不純物以外に、容器等から溶出する有機物を除去する効果もある。以上によって、電解液中の鉄の濃度を  $1 \text{ mg/L}$  以下とすることができる。

- 15 不純物の除去後、この液をカソード側に間歇的又は連続的に導入し、カソライトとして使用して電解精製する。

- 20 電流効率は  $80 \sim 100\%$  となる。以上によって、純度  $5 \text{ N}$  の電析ニッケル（カソードに析出）が得られる。すなわち、ガス成分を除き  $5 \text{ N}$  ( $99.999 \text{ wt}\%$ ) 以上であり、不純物として  $\text{O} : 30 \text{ wt ppm}$  以下、 $\text{C}$ ,  $\text{N}$ ,  $\text{S}$ ,  $\text{P}$ ,  $\text{F}$ ,  $\text{H}$  をそれぞれ  $10 \text{ wt ppm}$  以下とすることができる。

さらに、電解によって得られた電析ニッケルを電子ビーム溶解等の真空溶解を行うことができる。この真空溶解によって、 $\text{Na}$ 、 $\text{K}$  等のアルカリ金属やその他の揮発性不純物及びガス成分を効果的に除去できる。

- 25 また、本発明においては、イオン交換樹脂や溶媒抽出を行っていないので、有機物が混入することがなく、有機溶媒に起因する不純物元素を抑制できる。

### 実施例及び比較例

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲内で、実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

#### (実施例 1)

図 1 に示すような電解槽を用い、4 N レベルの塊状のニッケル原料 1 k g をアノードとし、カソードに 2 N レベルのニッケル板を使用して電解を行った。原料の不純物の含有量を表 1 に示す。ニッケル原料には、主として鉄、炭素、酸素等が多く含有されている。

浴温 50 ° C、硫酸系電解液で弗酸を 1 m o l / L を添加し、ニッケル濃度 50 g / L、電流密度 2 A / d m<sup>2</sup>、電解時間 40 h r 実施した。液の p H を 2 に調節した。この時、アノライトを間歇的に抜き出す。抜き出したアノライトに過酸化水素 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) を入れて、2 価の鉄を 3 価に変え、鉄等の不純物を水酸化物 F e (O H)<sub>3</sub> として沈殿させた。

さらに、この沈殿物等の不純物を、活性炭フィルターを使用して除去した。以上によって、電解液中の鉄の濃度が 1 m g / L 以下とすることができた。

不純物の除去後、この液をカソード側すなわちアノードバスケット内に間歇的に導入し、カソライトとして使用して電解した。

電析ニッケル (カソードに析出) 約 1 k g を得た。純度は 5 N を達成した。すなわち、ガス成分を除き 5 N (99.999 w t %) 以上であり、不純物として O : 30 w t p p m 以下、C, N, S, P, F がそれぞれ 10 w t p p m 以下とすることができた。以上の結果を原料と対比して、表 1 に示す。



表 1

	F e	O	C	N	S	P	F	H
原料	5 0	2 0 0	5 0	1 0	1 0	1 0	1 0	1 0
実施例 1	2	2 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0
実施例 2	1	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0
比較例 1	5 0	6 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0	<1 0

(w t p p m)

5

(実施例 2)

実施例 1 と同じ電解槽を用い、4 N レベルの塊状の原料ニッケルをアノードとし、カソードに 3 N レベルのニッケル板を使用して電解を行った。

- 10 浴温 3 0 ° C、塩酸系電解液で、ニッケル濃度 8 0 g / L、電流密度 5 A / d m <sup>2</sup>、電解時間 4 0 h r 実施した。

実施例 1 と同様に、液の p H を 2 に調節した。この時、アノライトを間歇的に抜き出す。抜き出したアノライトに過酸化水素 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) を入れて、2 価の鉄を 3 価に変え、鉄等の不純物を水酸化物 F e (O H) <sub>3</sub>

- 15 として沈殿させた。

さらに、この沈殿物等の不純物を、活性炭フィルターを使用して除去した。以上によって、電解液中の鉄の濃度が 1 m g / L 以下とすることができた。

不純物の除去後、この液をカソード側すなわちアノードバスケット内に間歇的に導入し、カソライトとして使用して電解した。

- 電析ニッケル（カソードに析出）約 1 k g を得た。この電析ニッケル  
5 をさらに電子ビーム溶解した。電子ビーム溶解条件は、1 A、30 k W、真空度  $2 \sim 5 \times 10^{-4}$  mm H g で実施した。以上の結果を、同様に表 1 に示す。

（比較例 1）

- 10 図 1 に示すような電解槽を用い、4 N レベルの塊状のニッケル原料 1 k g をアノードとし、カソードに 3 N レベルのニッケル板を使用して電解を行った。原料の不純物の含有量を表 1 に示す。

浴温 50 ° C、硫酸系電解液で弗酸を 1 m o l / L を添加し、ニッケル濃度 50 g / L、電流密度 2 A / d m <sup>2</sup>、電解時間 40 h r 実施した。

- 15 液の p H を 2 は調節した。この時、アノライトを抜き出さず、そのまま電解を続けた。

電析ニッケル（カソードに析出）約 1 k g を得た。

以上の結果を、同様に表 1 に示す。

- 表 1 に示すように、実施例 1 では、原料の鉄 50 w t p p m が 2 w t p p m に、酸素 200 w t p p m が 20 w t p p m に、炭素 50 w t p p m が 10 w t p p m 未満、C, N, S, P, F 10 w t p p m をそれぞれ 10 w t p p m 未満とすることができた。
- 20

また、実施例 2 では、鉄 1 w t p p m、酸素 10 w t p p m 未満、その他の不純物 10 w t p p m 未満とすることができた。

- 25 これに対し、比較例 1 では、C, N, S, P, F 10 w t p p m をそれぞれ 10 w t p p m 未満とすることができたが、鉄 50 w t p p m、また酸素 60 w t p p m で実施例に比べ精製効果が劣り、特に鉄の除去が困難であった。

## (実施例 3)

3 N レベルの塊状のニッケル原料 1 k g をアノードとし、カソードに  
2 N レベルのアルミニウム板を使用して電解を行った。原料の不純物の  
5 含有量を表 2 に示す。このニッケル原料には、鉄、コバルト、銅、炭素、  
酸素等が多く含有されている。

電解条件は、浴温 40 ° C、硫酸系電解液に塩酸を 1 m o l / L を添  
加し、ニッケル濃度 100 g / L、電流密度 3 A / d m<sup>2</sup>、電解時間 2  
5 h r 実施した。

10 液の p H は 2 . 5 に調節した。この時、アノライトを間歇的に抜き出  
す。抜き出したアノライトは、予備電解槽で電流密度 0 . 1 A / d m<sup>2</sup>  
で電解を行い、鉄、コバルト、銅等を除去した。

さらに、活性炭フィルターを使用して電解液中の有機物を除去した。  
以上によって、電解液中の鉄、コバルト、銅等の濃度を 1 m g / L 以下  
15 にすることができた。

不純物の除去後、この液をカソード側すなわちアノードバスケット内  
に間歇的に導入し、カソライトとして使用して電解した。

その結果、電析ニッケル約 1 . 1 k g を得た。純度は 5 N を達成した。  
すなわち、ガス成分を除き 5 N 以上であり、不純物として O : 20 w t  
20 p p m、C, N, S, P, F はそれぞれ 10 w t p p m 以下とすることが  
できた。以上の結果を原料と対比して、表 2 に示す。

## (実施例 4)

3 N レベルの塊状のニッケル原料 1 k g をアノードとし、カソードに  
25 2 N レベルのチタン板を使用して電解を行った。原料の不純物の含有量  
を表 2 に示す。このニッケル原料には、鉄、コバルト、銅、炭素、酸素  
等が多く含有されている。

電解条件は、浴温  $60^{\circ}\text{C}$ 、硫酸系電解液に塩酸を  $1\text{mol/L}$  を添加し、ニッケル濃度  $100\text{g/L}$ 、電流密度  $1.5\text{A/dm}^2$ 、電解時間  $50\text{hr}$  実施した。

- 5 液の  $\text{pH}$  は  $2.7$  に調節した。この時、アノライトを間歇的に抜き出す。抜き出したアノライトは、置換槽で  $2\text{N}$  レベルの  $\text{Ni}$  箔で電解液中の不純物との置換を行い、鉄、コバルト、銅等を除去した。

さらに、活性炭フィルターを使用して電解液中の有機物を除去した。以上によって、電解液中の鉄、コバルト、銅等の濃度を  $1\text{mg/L}$  以下  
10 にすることができた。

不純物の除去後、この液をカソード側すなわちアノードバスケット内に間歇的に導入し、カソライトとして使用して電解した。

- その結果、電析ニッケル約  $1.1\text{kg}$  を得た。純度は  $5\text{N}$  を達成した。すなわち、ガス成分を除き  $5\text{N}$  以上であり、不純物として  $\text{O} : 20\text{wt ppm}$   
15  $\text{ppm}$ 、 $\text{C}$ 、 $\text{N}$ 、 $\text{S}$ 、 $\text{P}$ 、 $\text{F}$  はそれぞれ  $10\text{wt ppm}$  以下とすることができた。以上の結果を原料と対比して、同様に表 2 に示す。

#### (実施例 5)

- 上記実施例 3 の工程において、アノライトを間歇的に抜き出し、抜き  
20 出したアノライトを予備電解槽で電流密度  $0.1\text{A/dm}^2$  で電解を行い、これをさらに実施例 4 の置換槽における置換反応と同一の条件で鉄、コバルト、銅等の不純物を除去した（予備電解と置換反応の組合せ）。

- そして、この工程以外は実施例 3 と同一の工程により電析ニッケル約  $1.1\text{kg}$  を得た。この結果、純度はガス成分を除き  $5\text{N}$  以上であり、  
25 不純物として  $\text{O} : 10\text{wt ppm}$ 、 $\text{C}$ 、 $\text{N}$ 、 $\text{S}$ 、 $\text{P}$ 、 $\text{F}$  はそれぞれ  $10\text{wt ppm}$  以下とすることができた。以上の結果を原料と対比して、同様に表 2 に示す。

表 2

	Fe	Co	Cu	O	C	N	S	P	F	H
原料	30	20	10	150	40	10	10	10	10	10
実施 例 3	3	1	1	20	<10	<10	<10	<10	<10	<10
実施 例 4	5	2	1	20	<10	<10	<10	<10	<10	<10
実施 例 5	1	1	0.3	10	<10	<10	<10	<10	<10	<10

(w t p p m)

5

以上から、本発明の、アノードとカソードを隔膜で仕切り、該アノラ  
イトを間歇的又は連続的に抜き出し、これに酸化剤を入れて鉄等の不純  
物を水酸化物として沈殿させ、さらにフィルターを使用して不純物を除  
去し、除去後の液をカソード側に間歇的又は連続的に入れて電解するこ  
10 とは、鉄を効果的に除去し、高純度ニッケルを得る上で、簡便な方法で  
ありかつ極めて有効であることが分かる。

#### 発明の効果

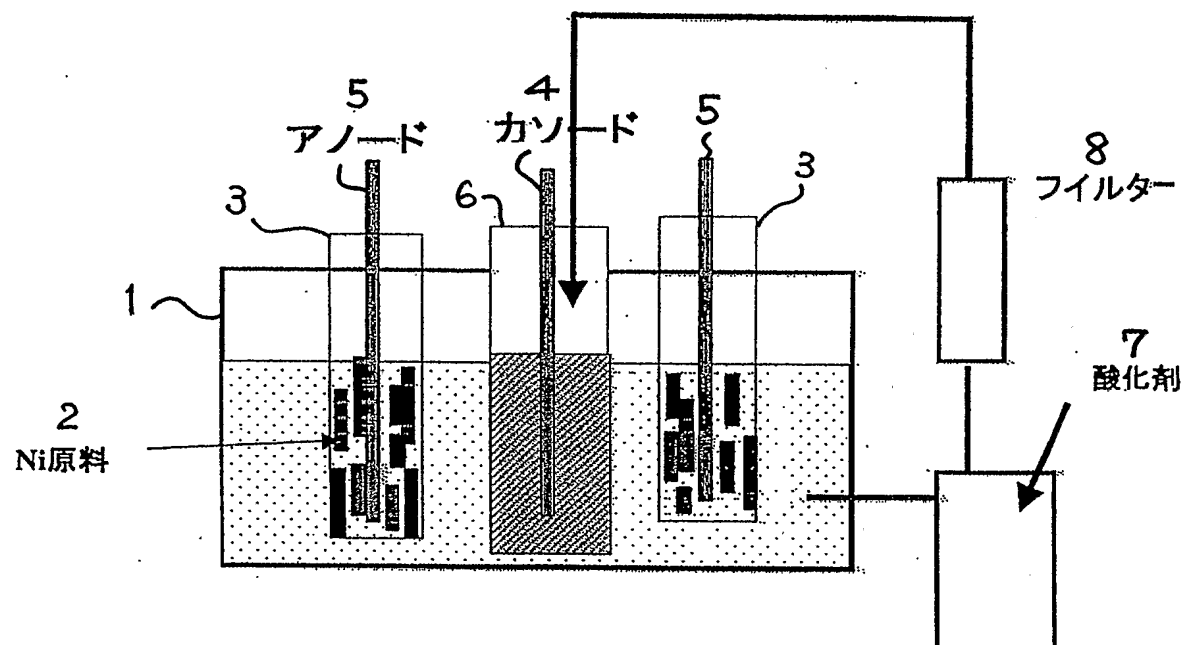
以上に示すように、電解液としてニッケル含有溶液を用い、鉄、炭素、  
酸素等が多く含有されるニッケル原料から、ニッケル含有溶液を用いて  
15 電解精製する簡便な方法を提供するものであり、簡単な製造工程の改良  
により、同原料から純度 5 N (99.999 w t %) 以上の高純度ニッ  
ケルを効率的に製造できるという著しい効果を有する。

## 請 求 の 範 囲

1. 電解液としてニッケル含有溶液を用いて電解する際に、アノライト  
5 を pH 2～5 に調整し、アノライトに含有されている鉄、コバルト、銅  
等の不純物を、酸化剤を入れて該不純物を水酸化物として沈殿除去する  
か、若しくは予備電解により該不純物を除去するか、又は Ni 箔を入れて  
置換反応により該不純物を除去するかの、いずれか 1 又は 2 以上の方  
法を組合せることにより不純物を除去した後、さらにフィルターを使用  
10 して不純物を除去し、除去後の液をカソード側として使用し電解するこ  
とを特徴とする高純度ニッケルの製造方法。
2. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続  
的に抜き出し、これに酸化剤を入れて鉄等の不純物を水酸化物として沈  
殿させ、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去後の液をカ  
15 ソード側に間歇的又は連続的に入れることを特徴とする請求の範囲第 1  
項記載の高純度ニッケルの製造方法。
3. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続  
的に抜き出し、このアノライトを予備電解して鉄、コバルト、銅等の不  
純物を除去した後、さらにフィルターを使用して不純物を除去し、除去  
20 後の液をカソード側に間歇的又は連続的に入れることを特徴とする請求  
の範囲第 1 項記載の高純度ニッケルの製造方法。
4. アノードとカソードを隔膜で仕切り、アノライトを間歇的又は連続  
的に抜き出し、このアノライトにニッケル箔を入れて置換反応により、  
鉄、コバルト、銅等の不純物を除去した後、さらにフィルターを使用し  
25 て不純物を除去し、除去後の液をカソード側に間歇的又は連続的に入れ  
ることを特徴とする請求の範囲第 1 項記載の高純度ニッケルの製造方法。
5. フィルターとして活性炭を使用することを特徴とする請求の範囲第  
1 項～第 4 項のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法。

6. フィルター通過後の、電解液中の鉄の濃度が  $1 \text{ mg/L}$  以下であることを特徴とする請求の範囲第1項～第5項のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法。
- 5 7. 電解によって得られた電析ニッケルを電子ビーム溶解等の真空溶解を行うことを特徴とする請求の範囲第1項～第6項のそれぞれに記載の高純度ニッケルの製造方法。
8. ガス成分を除き  $5 \text{ N}$  ( $99.999 \text{ wt}\%$ ) 以上であり、不純物として  $\text{O} : 30 \text{ wt ppm}$  以下、 $\text{C}$ ,  $\text{N}$ ,  $\text{S}$ ,  $\text{P}$ ,  $\text{F}$  がそれぞれ  $10 \text{ wt ppm}$  以下である
- 10  $\text{ppm}$  以下であることを特徴とする高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるターゲット及び同ターゲットを使用してスパッタリングにより形成した薄膜。
9. 請求の範囲第1項～第7項により製造したガス成分を除き  $5 \text{ N}$  ( $99.999 \text{ wt}\%$ ) 以上であり、不純物として  $\text{O} : 30 \text{ wt ppm}$  以下、 $\text{C}$ ,
- 15  $\text{N}$ ,  $\text{S}$ ,  $\text{P}$ ,  $\text{F}$  がそれぞれ  $10 \text{ wt ppm}$  以下であることを特徴とする高純度ニッケル、同高純度ニッケルからなるターゲット及び同ターゲットを使用してスパッタリングにより形成した薄膜。

図 1





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/09237

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C25C1/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C25C1/00-7/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 31-4904 B (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 23 June, 1956 (23.06.1956) (Family: none)	1
Y A	JP 11-152592 A (Japan Energy Corporation), 08 June, 1999 (08.06.1999) & KR 99045359 A	1 2-7, 9
X	JP 2000-219988 A (Japan Energy Corporation), 08 August, 2000 (08.08.2000) (Family: none)	8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:  
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
"E" earlier document but published on or after the international filing date  
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
09 January, 2002 (09.01.02)

Date of mailing of the international search report  
22 January, 2002 (22.01.02)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C25C1/08

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C25C1/00-7/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P 31-4904 B (住友金属鉱山株式会社) 1956.06.23 (ファミリーなし)	1
<u>Y</u> A	J P 11-152592 A (株式会社ジャパンエナジー) 1999.06.08 & K R 99045359 A	<u>1</u> 2-7, 9
X	J P 2000-219988 A (株式会社ジャパンエナジー) 2000.08. 08 (ファミリーなし)	8

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09.01.02

国際調査報告の発送日

22.01.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

有田 恭子



4 E

9540

電話番号 03-3581-1101 内線 3425